

Maki et al.
Filed 2/25/04
Q 79995
3 of 3

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 8 月 2 6 日
Date of Application:

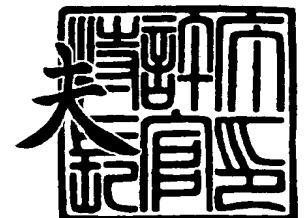
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 2 0 8 7 9 1
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 2 0 8 7 9 1]

出 願 人 住 友 化 学 工 業 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):

2 0 0 4 年 2 月 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 6 6 9 2

【書類名】 特許願

【整理番号】 P156065

【提出日】 平成15年 8月26日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C01F 7/20

【発明者】

 【住所又は居所】 新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社内

 【氏名】 真木 一

【発明者】

 【住所又は居所】 新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社内

 【氏名】 竹内 美明

【特許出願人】

 【識別番号】 000002093

 【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100093285

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 久保山 隆

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

 【識別番号】 100113000

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 中山 亨

 【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

 【識別番号】 100119471

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 榎本 雅之

 【電話番号】 06-6220-3405

【先の出願に基づく優先権主張】**【出願番号】** 特願2003- 56806**【出願日】** 平成15年 3月 4日**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 010238**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 0212949**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 微粒 α アルミナの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子が分散された水性混合物から水を除去してアルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む粉末混合物を得、得られた粉末混合物を焼成して微粒 α アルミナを製造する方法であり、アルミニウム加水分解物が、アルミニウム化合物水溶液を pH 5 以下の水素イオン濃度で 60℃ 以下の温度にて加水分解させて得たアルミニウム加水分解物である微粒 α アルミナの製造方法。

【請求項 2】

アルミニウム化合物がアルミニウム塩またはアルミニウムアルコキシドである請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】

アルミニウム加水分解物が、アルミニウム化合物水溶液に塩基を加えて加水分解させて得たアルミニウム加水分解物である請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 4】

種晶粒子が金属酸化物の粒子である請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 5】

種晶粒子の BET 比表面積が $12 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上である請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 6】

水性混合物における種晶粒子の含有量が、金属成分の酸化物換算で、アルミニウム化合物および種晶粒子の合計量 100 質量部あたり 1 質量部以上である請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 7】

水性混合物における水の含有量がアルミニウム加水分解物および種晶粒子の合計量 100 質量部あたり 0.5 質量部以上 30 質量部以下である請求項 1 に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、微粒 α アルミナの製造方法の製造方法に関し、詳しくはネッキングしている粒子が少なく、高 α 化率でBET比表面積の大きな微粒 α アルミナの製造方法に関する。

【0002】**【従来の技術】**

微粒 α アルミナは、主結晶相が α 相であるアルミナ〔 Al_2O_3 〕の微細な粒子であって、例えば透光管などのような焼結体を製造するための原材料として広く用いられている。かかる微粒 α アルミナには、強度に優れた焼結体を得られる点で、 α 化率が高く、BET比表面積が大きいと共に、ネッキングしている粒子が少ないものが求められている。

【0003】

高 α 化率でBET比表面積の大きな微粒 α アルミナを製造する方法として、非特許文献1〔A.Krell, NanoStructured Materials, Vol.11, 1141(1999)〕には、水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子を分散させた水性混合物から水を除去してアルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む粉末混合物を得、得られた粉末混合物を焼成する方法が開示されており、アルミニウム加水分解物は、硝酸アルミニウム水溶液をpH5以下の水素イオン濃度で75℃にて加水分解させて得た旨が開示されている。

【0004】

【非特許文献1】 A.Krell, NanoStructured Materials, Vol.11, 1141(1999)

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

しかし、かかる従来の製造方法で得られた微粒 α アルミナには、粒子同士のネッキングが多いという問題があった。

【0006】

そこで本発明者は、水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子を分散させた水性混合物から水を除去してアルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む粉末混合物を得、得られた粉末混合物を焼成して、粒子同士のネッキングが少なく、高 α 化率で大きなBET比表面積を示す微粒 α アルミナを製造する開発すべく鋭意検討した結果、アルミニウム加水分解物として、アルミニウム化合物水溶液をpH 5以下の水素イオン濃度で60℃以下の温度にて加水分解させて得たアルミニウム加水分解物を用いることで、互いにネッキングしている粒子が少なく、 α 化率が高く、BET比表面積が大きい微粒 α アルミナが得られることを見出し、本発明に至った。

【0007】

【課題を解決するための手段】

すなわち本発明は、水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子が分散された水性混合物から水を除去してアルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む粉末混合物を得、得られた粉末混合物を焼成して微粒 α アルミナを製造する方法であり、アルミニウム加水分解物が、アルミニウム化合物水溶液をpH 5以下の水素イオン濃度で60℃以下の温度にて加水分解させて得たアルミニウム加水分解物である微粒 α アルミナの製造方法を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明の製造方法では、アルミニウム加水分解物として、アルミニウム化合物水溶液をpH 5以下の水素イオン濃度で60℃以下の温度にて加水分解させて得たものを用いる。

【0009】

アルミニウム化合物水溶液は、水溶性のアルミニウム化合物が水に溶解した水溶液である。アルミニウム化合物としては、アルミニウム以外の金属成分を含まないものが用いられ、例えばアルミニウム塩であってもよいし、アルミニウムアルコキシドであってもよい。アルミニウム塩としては、例えば硝酸アルミニウム、硝酸アンモニウムアルミニウムなどのアルミニウム硝酸塩、アンモニウム明礬、炭酸アンモニウムアルミニウムなどのアルミニウム無機塩、蔞酸アルミニウム、

酢酸アルミニウム、ステアリン酸アルミニウム、乳酸アルミニウム、ラウリン酸アルミニウムなどのアルミニウム有機塩などが挙げられるが、好ましくはアルミニウム無機塩、さらに好ましくはアルミニウム硝酸塩である。アルミニウムアルコキシドとしては、例えばアルミニウムイソプロポキシド、アルミニウムエトキシド、アルミニウム *s*-ブトキシド、アルミニウム *t*-ブトキシドなどが挙げられる。

【0010】

アルミニウム化合物水溶液のアルミニウム化合物濃度は、アルミニウム換算で通常 0.01 mol/L 以上飽和濃度以下である。用いるアルミニウム化合物水溶液においてアルミニウム化合物は完全に溶解していることが好ましく、このため、アルミニウム化合物水溶液の水素イオン濃度 pH は通常 2 以下であり、通常は 0 以上である。

【0011】

アルミニウム化合物水溶液は、少なくとも焼成温度で揮発するか、消失する溶媒を含有していてもよい。かかる溶媒としては、例えばメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノールなどのアルコールをはじめとする極性有機溶媒、四塩化炭素、ベンゼン、ヘキサンなどの非極性有機溶媒などの有機溶媒が挙げられる。

【0012】

かかるアルミニウム化合物水溶液を加水分解するには、通常は塩基を加えて pH 3 以上とする。塩基としては、例えばアンモニアなどのような金属成分を含まないものが用いられる。アンモニアを用いる場合には、ガス状で吹き込んで加えてもよいが、アンモニア水溶液として加えることが好ましい。アンモニア水溶液を用いる場合、その濃度は通常アルミニウム換算で 0.01 mol/L 以上飽和濃度以下である。

【0013】

かかるアルミニウム化合物水溶液を pH 5 以下の水素イオン濃度で加水分解する。かかる水素イオン濃度で加水分解するには、例えば塩基の使用量を調整して、 pH 5 以下の水素イオン濃度となる量の塩基を加えればよく、水素イオン計 (p

Hメーター)を用いて水素イオン濃度を測定しながらpH5を超えないように塩基を加えてもよい。過剰に塩基を加えてpH5を超えたのでは、ネッキングしている粒子の多い微粒 α アルミナが得られ易い。

【0014】

加水分解は60℃以下で行なわれ、好ましくは50℃以下、さらに好ましくは35℃以下の温度で行なわれ、通常はアルミニウム化合物水溶液の凍結温度以上、好ましくは0°以上の温度で行なわれる。60℃を超える温度で加水分解したのでは、得られる微粒 α アルミナが、ネッキングしている粒子の多いものとなり易い。

【0015】

塩基を加えた後、60℃以下、好ましくは50℃以下、さらに好ましくは35℃以下、通常は凍結温度以上、好ましくは0°以上の温度で、例えば1時間以上通常は72時間以下程度保持してもよい。

【0016】

アルミニウム化合物水溶液を加水分解することで、水およびアルミニウム加水分解物を含む加水分解混合物を得る。アルミニウム加水分解物は通常、水に不溶であるので、かかる加水分解混合物において、アルミニウム加水分解物はゾル状もしくはゲル状となっているか、あるいは沈殿物として沈殿している。

【0017】

種晶粒子としては、通常は金属の化合物が用いられ、具体的には、例えばアルミナ、酸化鉄、酸化クロムなどの金属酸化物の粒子が挙げられる。かかる種晶粒子としては粒子径が通常0.01 μ m以上0.5 μ m以下程度のものが用いられ、好ましくは0.05 μ m以上である。BET比表面積は好ましくは12m²/g以上、150m²/g以下程度、さらに好ましくは15m²/g以上である。種晶粒子としては、結晶構造がコランダム型であるものが好ましく用いられ、また結晶水のないものが好ましく用いられる。結晶構造がコランダム型で結晶水のない種晶粒子としては、例えば α アルミナ粒子、 α 酸化鉄粒子、 α 酸化クロム粒子などが挙げられる。得られる微粒 α アルミナと同じ金属成分であることから、アルミナ粒子が好ましく用いられる。

【0018】

水性混合物における種晶粒子の含有量は、金属酸化物粒子を用いる場合、高い α 化率の微粒 α アルミナが容易に得られる点で、金属の酸化物換算で、アルミニウム加水分解物および種晶粒子の合計量100質量部あたり、1質量部以上、さらには2質量部以上、特には4質量部以上であることが好ましい。また種晶粒子の使用量が50質量部を超えてもよいが、その使用量に見合って α 化率が高くないので、通常は50質量部以下、好ましくは40質量部以下、さらに好ましくは30質量部以下程度である。

【0019】

水の含有量は、アルミニウム加水分解物および種晶粒子の合計量100質量部あたり0.5質量部以上30質量部以下、好ましくは1質量部以上20質量部以下程度である。

【0020】

水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子が分散された水性混合物は、水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子を加える方法により得てもよいし、アルミニウム化合物水溶液を加水分解させた後の加水分解混合物には水およびアルミニウム加水分解物が含まれるので、この加水分解混合物に種晶粒子を加えてもよい。また、アルミニウム化合物水溶液に種晶粒子を予め加えておき、この種晶粒子の存在下に加水分解させることで、水、アルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む水性混合物を得てもよい。

【0021】

種晶粒子は、例えば粉末状態のまま加水分解混合物やアルミニウム化合物水溶液に加えられてもよいし、水などの溶媒中に分散させた状態で加えられてもよい。種晶粒子を溶媒に分散させるには、例えば種晶粒子を溶媒と混合した後に、ボールミル、振動ミル、媒体攪拌ミルなどを用いて湿式で分級すればよい。分級することで、溶媒中に種晶粒子が分散される。溶媒には、有機分散剤、pH調整剤などを含有させてもよい。溶媒としては、水のほか、水性混合物に含有しえる溶媒として前記したと同様の溶媒が挙げられる。

【0022】

水性混合物から水を除去するには、例えば水を揮発させて蒸発乾固すればよい。水は通常の方法、例えば凍結乾燥法、真空乾燥法などの通常の方法で揮発させることができる。水を揮発させる際の温度は通常 100℃以下である。

【0023】

また、通常の濾過操作によって水を濾別したのち濾過残渣を乾燥する方法により、水を除去してもよい。濾過温度は打つ羽状 100℃以下である。濾過後の濾過残渣は、風乾により乾燥してもよいし、加熱して乾燥してもよい。乾燥温度は通常 100℃以下である。乾燥は大気中で行なわれてもよいし、窒素ガスなどの不活性ガス中で行なわれてもよいし、減圧下に行なわれてもよい。

【0024】

かくして水性混合物から水を除去することで、アルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む粉末混合物を得ることができる。

【0025】

かくして得られた粉末混合物を加熱して、焼成する。加熱は、例えば 150℃/h ~ 500℃/h の昇温速度で行われる。焼成温度は、 α 化率の高い微粒 α アルミナが容易に得られる点で通常 600℃以上、好ましくは 700℃以上であり、粒子同士のネッキングがより少ない点で 1000℃以下、好ましくは 950℃以下である。

【0026】

焼成は、大気中に行なわれてもよいし、窒素ガス、アルゴンガスなどの不活性ガス中に行なわれてもよい。また雰囲気中の水蒸気分圧を低く維持しながら焼成してもよい。

【0027】

焼成は、例えば管状電気炉、箱型電気炉、トンネル炉、遠赤外線炉、マイクロ波加熱炉、シャフト炉、反射炉、ロータリー炉、ローラーハース炉などの通常の焼成炉を用いて行なうことができる。焼成は回分式で行なってもよいし、連続式で行なってもよい。また静置式で行なってもよいし、流動式で行ってもよい。

【0028】

焼成時間はアルミニウム加水分解物が α 化して高 α 化率の微粒 α アルミナが得ら

れるに十分な時間であればよく、用いるアルミニウム化合物の種類、量、焼成炉の形式、焼成温度、焼成雰囲気によって異なるが、例えば10分以上24時間以下程度である。

【0029】

かくして得られる微粒 α アルミナは、粒子径が $0.01\mu\text{m}$ 以上 $0.1\mu\text{m}$ 以下程度であり、高い α 化率であると共に大きなBET比表面積を示し、例えば α 化率90%以上、好ましくは95%以上で、BET比表面積は $13\text{m}^2/\text{g}$ 以上 $150\text{m}^2/\text{g}$ 以下、好ましくは $15\text{m}^2/\text{g}$ 以上 $100\text{m}^2/\text{g}$ 以下である。

【0030】

得られた微粒 α アルミナは、粉碎されてもよい。微粒 α アルミナを粉碎するには、例えば振動ミル、ボールミル、ジェットミルなどをの媒体粉碎機を用いることができる。また、得られた微粒 α アルミナは分級してもよい。

【0031】

かくして得られた微粒 α アルミナは、例えば α アルミナ焼結体を製造するための原材料として有用である。 α アルミナ焼結体は、例えば切削工具、バイオセラミクス、防弾板などの高強度を要求されるものが挙げられる。ウェハーハンドラーなどの半導体製造用装置部品、酸素センサーなどの電子部品も挙げられる。ナトリウムランプ、メタルハライドランプなどの透光管も挙げられる。排ガスなどの気体に含まれる固形分除去、アルミニウム溶湯の濾過、ビールなどの食品の濾過等に用いられるセラミクスフィルター、燃料電池において水素を選択的に透過させるためのセラミクスフィルターも挙げられる。また、得られた微粒 α アルミナを原材料の一つとして用いて、導電性焼結体、熱伝導性焼結体などを製造するための原材料としても用いることもできる。

【0032】

得られた微粒 α アルミナは、粉末のままで、通常の微粒 α アルミナと同様に、塗布型磁気メディアの塗布層に添加されてヘッドクリーニング性、体磨耗性を向上させるための添加剤として用いることができる。トナーとして用いることもできる。樹脂に添加するフィラーとして用いることもできる。また、研磨材として用いることもでき、例えば水などの溶媒に分散させたスラリーとし、半導体CMP

研磨、ハードディスク基板などの研磨などに用いることができるし、テープ表面にコーティングして研磨テープとして、ハードディスク、磁気ヘッドなどの精密研磨などに用いることができる。

【0033】

【発明の効果】

本発明の製造方法によれば、粒子同士のネッキングが少なく、高 α 化率で大きなBET比表面積の微粒 α アルミナを得ることができる。

【0034】

【実施例】

以下、実施例によって本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれら実施例によって限定されるものではない。

【0035】

なお、各実施例で得た微粒 α アルミナの α 化率は、粉末X線回折装置を用いて得た微粒 α アルミナの回折スペクトルから、アルミナ α 相(012)面のピーク強度($I_{\alpha(012)}$)と θ 相(440面)のピーク強度($I_{\theta(440)}$)とから、式(1)

$$\alpha \text{ 化率} = I_{\alpha(012)} / (I_{\alpha(012)} + I_{\theta(440)}) \times 100 (\%) \cdots (1)$$

により算出した。BET比表面積は、窒素吸着法により求めた。平均一次粒子径は、微細 α アルミナの透過電子顕微鏡写真に写った任意の粒子20個以上について、個々の一次粒子の定方向最大径を測定し、測定値の数平均値として求めた。

【0036】

実施例1

〔種晶スラリーの製造〕

BET比表面積 $16.0 \text{ m}^2/\text{g}$ で粒子径約 $0.1 \mu\text{m}$ の α アルミナ粒子(種晶粒子)20質量部を硝酸水溶液($\text{pH}=4$)80質量部に添加し分散させた後、アルミナビーズ(直径 2 mm)350gを充填したボールミルを用いて3時間かけて湿式分級して、種晶スラリーを得た。

【0037】

〔微粒 α アルミナの製造〕

硝酸アルミニウム九水和物 $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ (和光純薬工業製、特級、粉末状) 375.13 g (1 モル) を純水に溶解させ、容積を 1 L (1000 cm^3) として硝酸アルミニウム水溶液を得た。この硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に上記で得た種晶スラリー 7.08 g (α アルミナ粒子 1.42 g を含む) を添加し、室温 (約 25℃) で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて 25% アンモニア水 [和光純薬工業製、特級] 40 g (アンモニア 10 g) を約 2 g/分の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物 (アルミニウム加水分解物) が析出したスラリーとなっており、その pH は 4.0 であった。室温 (約 25℃) でこのスラリーを約 24 時間静置したのち、真空乾燥機を用いて水を揮発させて乾燥して粉末状の混合物を得た。この混合物には、金属成分の酸化物換算で 100 質量部あたり 10 質量部の α アルミナ粒子が含まれている。この加水分解析出物を乳鉢で解砕し、アルミナ製坩堝に入れ、箱型電気炉で大気中、300℃/h の昇温速度で 950℃ に加熱し、同温度にて 3 時間焼成して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は 97% であり、BET 比表面積は 15.4 m^2/g であり、平均一次粒子径は 68 nm であった。この微粒 α アルミナを透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察したところ、粒子間のネッキングは少なかった。

【0038】

実施例 2

[微粒 α アルミナの製造]

実施例 1 と同様に操作して得た硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に実施例 1 で得た種晶スラリー 7.08 g (α アルミナ粒子 1.42 g) を添加し、5℃で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて 25% アンモニア水 [和光純薬工業製、特級] 40 g (アンモニア 10 g) を約 2 g/分の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物が析出したスラリーとなっており、その pH は 4.2 であった。その後、935℃で焼成する以外は実施例 1 と同様に操作して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は 97% であり、BET 比表面積は 17.8 m^2/g であり、平均一次粒子径は 66 nm であった。この微粒 α アルミナを TEM で観察したところ、粒子間のネッキングは少なかった。

【0039】

実施例 3

〔微粒 α アルミナの製造〕

実施例 1 と同様に操作して得た硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に実施例 1 で得た種晶スラリー 7.08 g (α アルミナ粒子 1.42 g) を添加し、 50°C で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて 25% アンモニア水〔和光純薬工業製、特級〕 43 g (アンモニア 10.8 g) を約 2 g/分 の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物が析出したスラリーとなっており、その pH は 3.6 であった。その後、実施例 1 と同様に操作して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は 97% であり、 BET 比表面積は $19.6\text{ m}^2/\text{g}$ であり、平均一次粒子径は 72 nm であった。この微粒 α アルミナを TEM で観察したところ、粒子間のネッキングは少なかった。

【0040】

実施例 4

〔微粒 α アルミナの製造〕

実施例 1 と同様に操作して得た硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に実施例 1 で得た種晶スラリー 7.08 g (α アルミナ粒子 1.42 g) を添加し、室温 (約 25°C) で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて 25% アンモニア水〔和光純薬工業製、特級〕 41 g (アンモニア 10.3 g) を約 2 g/分 の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物が析出したスラリーとなっており、その pH は 4.0 であった。添加終了後、スラリーを直ちにステンレス製バット上に広げ、恒温槽にて大気中 100°C に加熱して、乾燥させて粉末状の加水分解析出物を得た。この粉末状析出物を解砕することなくそのままアルミナ製坩堝に入れ、箱型電気炉で大気中、 300°C/h の昇温速度で 950°C に加熱し、同温度にて 3 時間焼成して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は 98% であり、 BET 比表面積は $15.9\text{ m}^2/\text{g}$ であり、平均一次粒子径は 64 nm であった。この微粒 α アルミナを TEM で観察したところ、粒子間のネッキングは少なかった。

【0041】

実施例 5

〔微粒 α アルミナの製造〕

実施例 1 と同様に操作して得た硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に実施例 1 で得た種晶スラリー 7.08 g (α アルミナ粒子 1.42 g) を添加し、室温 (約 25°C) で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて 25% アンモニア水〔和光純薬工業製、特級〕 40 g (アンモニア 10 g) を約 2 g/分 の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物が析出したスラリーとなっており、その pH は 4.0 であった。室温 (約 25°C) でこのスラリーを約 24 時間静置したのち、真空乾燥機を用いて水を揮発させて乾燥して粉末状の加水分解析出物を得た。この加水分解析出物には、金属成分の酸化物換算で 100 質量部あたり、 10 質量部の種晶 (α アルミナ) が含まれている。この加水分解析出物を乳鉢で解砕し、アルミナ製坩堝に入れ、箱型電気炉で大気中、 300°C/h の昇温速度で 1000°C に加熱し、同温度にて 3 時間焼成して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は 97% であり、BET 比表面積は $12.6\text{ m}^2/\text{g}$ であり、平均一次粒子径は 76 nm であった。この微粒 α アルミナを透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察したところ、粒子間のネッキングは少なかった。

【0042】

比較例 1

〔微粒 α アルミナの製造〕

実施例 1 と同様に操作して得た硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に実施例 1 で得た種晶スラリー 7.08 g (α アルミナ粒子 1.42 g) を添加し、 75°C で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて 25% アンモニア水〔和光純薬工業製、特級〕 34.1 g (アンモニア 8.5 g) を約 2 g/分 の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物が析出したスラリーとなっており、その pH は 3.9 であった。添加終了後、室温 (約 25°C) でこのスラリーを 7 日間静置したのち、 20°C でロータリーエバポレーターを用いて乾燥させて粉末状の加水分解析出物を得た。この加水分解析出物を乳鉢で解砕し、アルミナ製坩堝に入れ、箱型電気炉で大気中、 300°C/h の昇温速度で 1000°C に加熱し

、同温度にて3時間焼成して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は97%であり、BET比表面積は $16.1\text{ m}^2/\text{g}$ であり、平均一次粒子径は72 nmであった。この微粒 α アルミナをTEMで観察したところ、粒子間に多くのネッキングがあった。

【0043】

比較例2

〔微粒 α アルミナの製造〕

25%アンモニア水の使用量を48 g（アンモニア12 g）としてpH 7.9のスラリーを得、焼成温度を940℃とした以外は実施例1と同様に操作して、 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は98%であり、BET比表面積は $16.8\text{ m}^2/\text{g}$ であった。この微粒 α アルミナをTEMで観察したところ、粒子間に多くのネッキングがあった。

【0044】

比較例3

〔微粒 α アルミナの製造〕

実施例1と同様に操作して得た硝酸アルミニウム水溶液 250 cm^3 に、室温（約25℃）で攪拌しながらマイクロロータリーポンプを用いて25%アンモニア水〔和光純薬工業製、特級〕40 g（アンモニア10 g）を約2 g/分の供給速度で添加した。添加終了時には、加水分解析出物が析出したスラリーとなっており、そのpHは3.9であった。室温（約25℃）でこのスラリーを約24時間静置したのち、真空乾燥機を用いて水を揮発させて乾燥して粉末混合物を得た。その後、この粉末混合物を1025℃で焼成する以外は実施例1と同様に操作して、微粒 α アルミナを得た。この微粒 α アルミナの α 化率は98%であり、BET比表面積は $16.2\text{ m}^2/\text{g}$ であったが、平均一次粒子径は164 nmであった。なお、この微粒 α アルミナをTEMで観察したところ、粒子間に多くのネッキングがあった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 水にアルミニウム加水分解物および種晶粒子が分散された水性混合物から水を除去してアルミニウム加水分解物および種晶粒子を含む粉末混合物を得、得られた粉末混合物を焼成して、高 α 化率で大きなBET比表面積を示し、粒子同士のネッキングの少ない微粒 α アルミナを製造する方法を提供する。

【解決手段】 本発明の製造方法は、アルミニウム加水分解物として、アルミニウム化合物水溶液をpH5以下の水素イオン濃度で60℃以下の温度にて加水分解させて得たものを用いる。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-208791
受付番号	50301405585
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成 15 年 8 月 29 日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000002093
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番 33 号
【氏名又は名称】	住友化学工業株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100093285
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜 4-5-33 住友化学 知的財産センター株式会社内
【氏名又は名称】	久保山 隆

【選任した代理人】

【識別番号】	100113000
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜 4-5-33 住友化学 知的財産センター株式会社内
【氏名又は名称】	中山 亨

【選任した代理人】

【識別番号】	100119471
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 33 号 住友 化学知的財産センター株式会社
【氏名又は名称】	榎本 雅之

特願 2 0 0 3 - 2 0 8 7 9 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 2 0 9 3]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番 3 3 号

氏 名 住友化学工業株式会社